

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: 83107141.0

61 Int. Cl.³: B 01 J 8/24
 C 08 F 8/20, C 08 F 10/00
 C 08 F 2/34

22 Anmeldetag: 21.07.83

30 Priorität: 27.07.82 DE 3227932

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
 07.03.84 Patentblatt 84/10

84 Benannte Vertragsstaaten:
 BE DE FR GB NL SE

71 Anmelder: BASF Aktiengesellschaft
 Carl-Bosch-Strasse 38
 D-6700 Ludwigshafen(DE)

72 Erfinder: Bronstert, Klaus, Dr.
 Gartenstrasse 26
 D-6719 Carlsberg(DE)

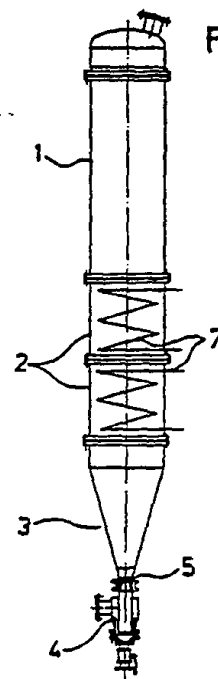
72 Erfinder: Welker, Siegfried
 Im Sotter 17
 D-6719 Hettenleidelheim(DE)

72 Erfinder: Werther, Joachim, Dr.
 Tostedter Weg 39
 D-2110 Buchholz 5(DE)

54 Vorrichtung zur Umsetzung von Gasen mit Gasen oder Feststoffen zu temperaturempfindlichen Feststoffen in der Wirbelschicht.

57 Vorrichtung zur Umsetzung von Gasen mit Gasen oder Feststoffen zu temperaturempfindlichen Feststoffen in einem Wirbelschichtreaktor, bei dem

- a) der zylindrische Wirbelschichtreaktor (1) ein konisches Unterteil (3) besitzt, dessen Öffnungswinkel 20° bis 60°, vorzugsweise 30 bis 50° beträgt, und die Einleitung des Gases über ein Rohrsystem (4) mit gezielter Gasgleichrichtung erfolgt,
- b) das konische Unterteil (3) eine Einlochdüse (5) besitzt, um die Einströmgeschwindigkeit des Gases auf 5 bis 50 m/s anzuheben, wobei das Verhältnis der freien Querschnittsflächen von zylindrischem Reaktor (1) und der Einlochdüse (5) zwischen 1:500 und 1:20, vorzugsweise zwischen 1:300 und 1:30 liegt,
- c) die Einlochdüse (5) eine Abrißkante (6) für die Gasströmung aufweist, hinter der hohe Strömungsturbulenzen im Randbereich des Unterteils entstehen, welche Ablagerungen von Feststoffpartikeln verhindern, wobei die exakte Geometrie der Einlochdüse (5) dem jeweiligen Schüttgut und dem Gas angepaßt werden muß, und zur Abführung von Reaktionswärme bzw. zur Temperierung der Wirbelschicht innenliegende Wärmeaustauscher (7) im zylindrischen Reaktoroberteil (2) angebracht sind,



"Vorrichtung zur Umsetzung von Gasen mit Gasen oder Feststoffen zu temperaturempfindlichen Feststoffen in der Wirbelschicht"

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Umsetzung von Gasen mit Gasen oder Feststoffen zu temperaturempfindlichen Feststoffen in einem Wirbelschichtreaktor.
- 10 Die klassische Methode zur Ausbildung einer Wirbelschicht ist die Verwendung eines zylindrischen Schachtes von gleichbleibendem Querschnitt, der nach unten durch einen Tragboden zur Gasverteilung abgeschlossen ist.
- 15 Darüberhinaus sind Apparate bekannt, die sich nach oben konisch erweitern, in denen es möglich ist, wirbelnde Suspensionen stationär aufrecht zu erhalten, wobei auf Tragböden verzichtet werden kann.
- 20 Nachteile bisheriger, sich konisch nach oben erweiternder Wirbelapparaturen sind zum einen die extreme Empfindlichkeit auf Änderungen der Gasgeschwindigkeit sowie auf inhomogene Gasgeschwindigkeitsverteilungen im Einlauf des Apparates, und zum anderen das Problem der Unterbringung
- 25 von innenliegenden Wärmeaustauschereinbauten.
- Laufen in der Wirbelschicht exotherme Umsetzungen ab und ist der Feststoff temperaturempfindlich oder hitzeschmelzend, so führen Zonen inhomogener Materialbewegungen zu
- 30 sogenannten hot spots und damit zu Agglomeraten und schließlich zum Zusammenbacken und Zusammenbruch der Wirbelschicht.

Es war daher die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine Vorrichtung zu entwickeln, die die chemische Umsetzung temperaturempfindlicher sowie hitzeschmelzender Produkte in der Wirbelschicht ermöglicht, wobei zum einen die Aus-
5 bildung eines stationären Wirbelzustandes, zum anderen eine gleichmäßige Temperaturverteilung und Regelung im gesamten Wirbelbett gewährleistet werden.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß

10

- a) der zylindrische Wirbelschichtreaktor ein konisches Unterteil besitzt, dessen Öffnungswinkel 20 bis 60°, vorzugsweise 30 bis 50° beträgt, und die Einstellung des Gases über ein Rohrsystem mit gezielter Gleich-
15 richtung erfolgt,
- b) das konische Unterteil eine Einlochdüse besitzt, um die Einströmgeschwindigkeit des Gases in das konische Unterteil auf 5 bis 50 m/s anzuheben, wobei das Ver-
20 hältnis der freien Querschnittsflächen von zylindrischem Reaktor und der Einlochdüse zwischen 500:1 und 20:1, vorzugsweise zwischen 300:1 und 30:1 liegt,
- c) die Einlochdüse eine Abrißkante für die Gasströmung aufweist, hinter der hohe Strömungsturbulenzen im Randbereich des Unterteils entstehen, welche Ablagerungen von Feststoffpartikeln verhindern, wobei
25 die exakte Geometrie der Einlochdüse dem jeweiligen Schüttgut und dem Gas angepaßt werden muß, und
- d) zur Abführung von Reaktionswärme bzw. zur Temperierung der Wirbelschicht innenliegende Wärmeaustauscher
30 im zylindrischen Reaktoroberteil angebracht sind.

35

Mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung gelingt es, das Reaktorunterteil mit einem homogenen, drallfreien Gasstrom konstanter Geschwindigkeit zu beaufschlagen, was zu einer gleichmäßigen Durchwirbelung der Feststoffschüt-

tung und zu einer innigen Materialbewegung, verbunden mit hohem Stoff- und Wärmeaustausch, im gesamten Wirbelreaktor führt.

5 Erst dadurch ist eine Steuerung des Reaktions- und Temperaturverlaufs über Wärmeaustauscher möglich, was bei temperaturempfindlichen oder hitzeschmelzenden Produkten unerlässlich ist.

10 Die erfindungsgemäße Vorrichtung wird bevorzugt zur Umsetzung von Gasen mit Gasen oder Feststoffen eingesetzt und erweist sich dann als besonders vorteilhaft, wenn diese Umsetzung mit einer Wärmeentwicklung oder mit einem Wärmeverbrauch verbunden ist und dabei ein vorgegebener zeitlicher Temperaturverlauf in der Wirbelschicht gefordert wird. Im einzelnen dient die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Chlorierung von PVC und Polyethylen sowie zur Polymerisation von Ethylen und Propylen.

20 Die Erfindung wird nachstehend anhand der Zeichnung näher erläutert.

Es zeigen:

Figur 1 den Querschnitt durch den gesamten Wirbelreaktor mit allen wesentlichen Bauteilen
25 Figur 2 das Reaktorunterteil mit den Einbauten zur gezielten Gasführung

Das Trägergas gelangt über einen Gaseintrittsstutzen 8 in einen ringförmigen Strömungsquerschnitt 9, der sich nach unten konisch verjüngt. In einem Strömungsgleichrichter 10 werden vorhandene Rotations- und Drallströmungen des Gases unterdrückt. Zusammen mit der scharfen Umlenkung des Gases um 180° in einem Spalt 11 wird ein homogenes Geschwindig-

35

keitsprofil des Gases in einem Einleitrohr 12 des Reaktorunterteils erzeugt.

5 In einer Einlochdüse 5 wird die Gaseinströmgeschwindigkeit auf das notwendige Niveau angehoben, das zur Ausbildung einer stabilen Wirbelschicht erforderlich ist. Die Düse 5 ist geometrisch so ausgebildet, daß sie eine Abrißkante 6 für die Gasströmung besitzt, um das Anlegen des Gases an die Reaktorwand 14 zu verhindern und Ablagerungen von Feststoffpartikeln im Düsenbereich 13 zu vermeiden. Dadurch werden Feststoffpfropfen und Materialtransport in Form von "Stoßsendungen" verhindert.

15 Zur Temperaturführung und Reaktionssteuerung sind im zylindrischen Bereich des Reaktors 2 Wärmeaustauscher 7 untergebracht.

20 In der erfindungsgemäßen Vorrichtung lassen sich Gase, wie Chlor, Ethylen u.a. mit Feststoffen wie Polyethylen und Polyvinylchlorid oder mit Gasen wie Ethylen umsetzen.

Beispiel

Chlorierung von Polyvinylchlorid

25 Bei der Chlorierung von Polyvinylchloridpulver wird der Chlorgehalt des Polymeren um ca. 14 % angehoben, wobei pro Mol umgesetztes Chlor 27 kcal an Wärme freiwerden. Um die Reaktion mit technisch interessanter Reaktionsgeschwindigkeit abzuwickeln, müssen in der Wirbelschicht die Reaktionstemperaturen möglichst nahe am Feststofferweichungspunkt gehalten werden, ohne ihn zu erreichen, da sonst die Wirbelschicht zusammenbrechen würde.

35 Diese Problematik stellt an die Homogenität und Stabilität der Wirbelschicht höchste Anforderungen. Temperatur-

abweichungen innerhalb der Wirbelschicht um mehr als 2°
führen zu hot spots, zu Agglomerationen und infolge man-
gelnder Wärmeabfuhr zu Produktzersetzungen und schließ-
lich zu autokatalytischer Verkohlung des Materials.

5

Mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung gelingt es, den
Chlorgehalt des PVC innerhalb von 3 Stunden von 56,8 auf
66 Gew.% anzuheben, wobei die Temperaturabweichungen
innerhalb der gesamten Wirbelschicht weniger als 1°C be-
tragen.

10

Die Stabilität des Wirbelzustandes wurde über eine Diffe-
renzdruckerfassung kontrolliert und ein stabiles Fahren
bestätigt.

15

Die Chlorierungsreaktion setzt bei einer Temperatur von
ca. 80°C ein.

20

Mit zunehmendem Chlorgehalt im PVC kann die Temperatur
schrittweise bis auf etwa 115°C hochgefahren werden, wo-
bei das Temperaturprogramm dem Verlauf des Erweichungs-
punktes des chlorierten PVC angepaßt ist.

25

Das Reaktionsgas wird dabei im Kreis gefahren, wobei in
einem Fliehkraftabscheider mitgerissene Feststoffpartikel
abgeschieden und in den Reaktor zurückgeführt werden.

30

Die umgesetzte Chlormenge wird kontinuierlich durch Frisch-
chlorzufuhr ersetzt, um eine konstante Chlor-Konzentration
im Eintritt des Reaktors zu gewährleisten.

35

Nach Erreichen des gewünschten Chlorgehalts von 65 % wird
das Reaktionsgas so lange durch Stickstoff ersetzt, bis im
austretenden Gas keine Salzsäure mehr nachgewiesen werden
kann. Nach Abkühlen wird das Produkt der Apparatur entnom-

men. Es weist eine rein weiße Farbe auf und zeichnet sich durch Freiheit von dunkelgefärbten Zersetzungsprodukten aus. Es besitzt eine Vicatzahl von 125°C und läßt sich nach Zusatz von Stabilisatoren zu Rohren extrudieren, die
5 eine caramelfarbene Eigenfarbe besitzen.

10

15

20

25

30

35

Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Umsetzung von Gasen mit Gasen oder Feststoffen zu temperaturempfindlichen Feststoffen in einem Wirbelschichtreaktor, dadurch gekennzeichnet, daß
- a) der zylindrische Wirbelschichtreaktor (1) ein konisches Unterteil (3) besitzt, dessen Öffnungswinkel 20° bis 60° , vorzugsweise 30 bis 50° beträgt, und die Einleitung des Gases über ein Rohrsystem (4) mit gezielter Gasgleichrichtung erfolgt,
- b) das konische Unterteil (3) eine Einlochdüse (5) besitzt, um die Einströmgeschwindigkeit des Gases auf 5 bis 50 m/s anzuheben, wobei das Verhältnis der freien Querschnittflächen von zylindrischem Reaktor (1) und der Einlochdüse (5) zwischen 500:1 und 20:1, vorzugsweise zwischen 300:1 und 30:1 liegt,
- c) die Einlochdüse (5) eine Abrißkante (6) für die Gasströmung aufweist, hinter der hohe Strömungsturbulenzen im Randbereich des Unterteils entstehen, welche Ablagerungen von Feststoffpartikeln verhindern, wobei die exakte Geometrie der Einlochdüse (5) dem jeweiligen Schüttgut und dem Gas angepaßt werden muß, und
- d) zur Abführung von Reaktionswärme bzw. zur Temperierung der Wirbelschicht innenliegende Wärmeaustauscher (7) im zylindrischen Reaktoroberteil (2) angebracht sind.

2. Verwendung der Vorrichtung gemäß Anspruch 1 zur
Chlorierung von PVC-Pulver in der Wirbelschicht.
3. Verwendung der Vorrichtung gemäß Anspruch 1 zur
Chlorierung von Polyethylen in der Wirbelschicht.
4. Verwendung der Vorrichtung gemäß Anspruch 1 zur
Polymerisation von Ethylen in der Wirbelschicht.
5. Verwendung der Vorrichtung gemäß Anspruch 1 zur
Polymerisation von Propylen in der Wirbelschicht.

Zeichn.



15

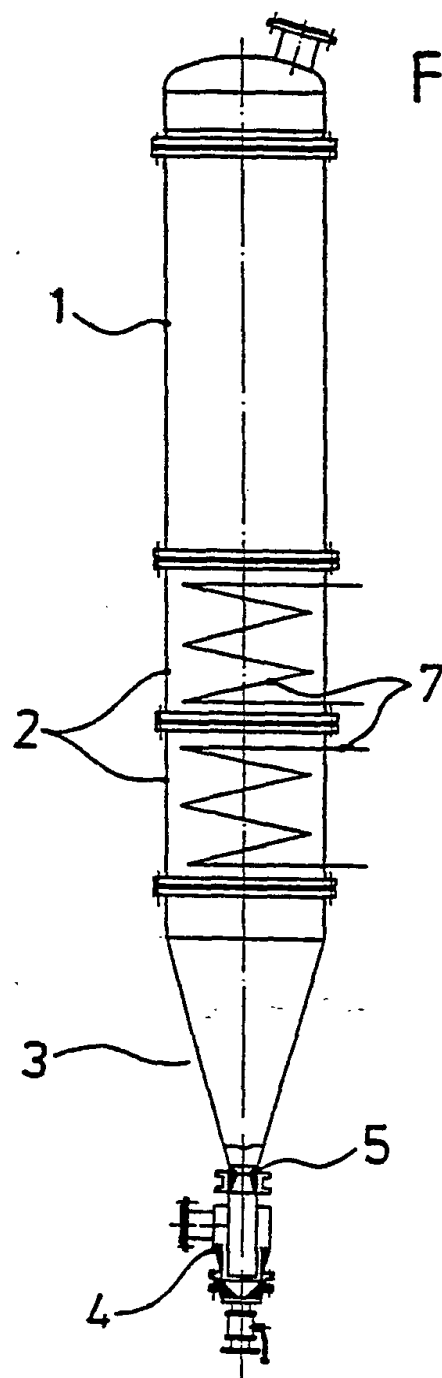
20

25

30

35

1/2



2/2

FIG. 2

